

Cara uji kimia logam babit



ISI-07-4619-199

A 1262-1997

ISI 07-1262-1997

Rancangan Standar Nasional Indonesia

Cara uji kimia logam babit

Dewan Standardisasi Nasional

Pendahuluan

Rancangan standar cara uji kimia logam babit telah dibahas dalam Rapat-rapat Teknis, Pra Konsensus tanggal 6 Januari 1997 dan terakhir dirumuskan dalam Rapat Konsensus Nasional pada tanggal 5 Maret 1997 di Jakarta.

Hadir dalam Rapat-rapat tersebut wakil-wakil dari Produsen, Konsumen, Ilmu Pengetahuan dan Lembaga Peneliti serta Instansi Pemerintah yang terkait.

Daftar isi

Halaman

Pendahuluan	i
Daftar isi	ii
1. Ruang lingkup	1
2. Acuan	1
3. Cara pengambilan contoh	1
4. Cara uji	1

Cara uji kimia logam babit

1. Ruang lingkup

Standar ini meliputi acuan, cara pengambilan contoh dan cara uji kimia kadar timah, antimon, tembaga, timbal dan arsen dalam logam babit.

2. Acuan

- ATM E 57-60 Part 12 1982 : *Standard Test Method for Chemical Analysis of White Metal Bearing Alloys*
- ATM E 50-82 : *Standard Practices for Apparatus, Reagents, and Safety Precautions for Chemical Analysis of Metals.*

3. Cara pengambilan contoh

Cara pengambilan contoh sesuai dengan SNI 07-1157 - 1989, Pengambilan contoh logam-logam bukan besi dan paduannya untuk uji komposisi kimia.

4. Cara uji

4.1 Cara uji kadar timah dengan metode titrasi Iodometri dengan batas konsentrasi 0,5 - 95%.

4.1.1 Prinsip

Contoh dilarutkan dalam campuran asam sulfat dan KHSO_4 . Timah yang terkandung direduksi dengan besi atau nikel kemudian dititrasi dengan larutan kalium iodat dengan menggunakan kanji sebagai indikator.

4.1.2 Pereaksi

4.1.2.1 Asam klorida, HCl bj 1, 19

4.1.2.2 Asam sulfat, H_2SO_4

4.1.2.3 Kalium hidrosulfat, KHSO_4

4.1.2.4 Besi, dengan kemurnian rata-rata tidak kurang dari 99,85% Fe dalam bentuk kawat, lembaran atau gulungan.

4.1.2.5 Nikel, lembaran nikel yang mempunyai luas permukaan tidak kurang dari $25,4 \text{ cm}^2$.

4.1.2.6 Larutan standar kalium iodat, KIO_3 ($1 \text{ mL} = 0,006 \text{ g Sn}$) dengan konsentrasi 0,1 N. Keringkan kristal kalium iodat pada suhu 180°C sampai berat konstan. Timbang 3,5667 g KIO_3 kering, larutkan dalam 200 ml air yang mengandung 1 g Natrium Hidroksida (NaOH) dan kalium Iodida (KI). Setelah larut sempurna, pindahkan ke dalam labu ukur 1 liter, encerkan sampai tanda batas dan kocok.

4.1.2.7 Larutan standar kalium iodat, KIO_3 ($1 \text{ mL} = 0,0030 \text{ g KIO}_3$). Larutkan 3,000 g KIO_3 dalam air, masukkan ke dalam labu ukur 1 liter encerkan sampai tanda batas dan kocok.

4.1.2.8 Larutan kanji (10 g/liter)

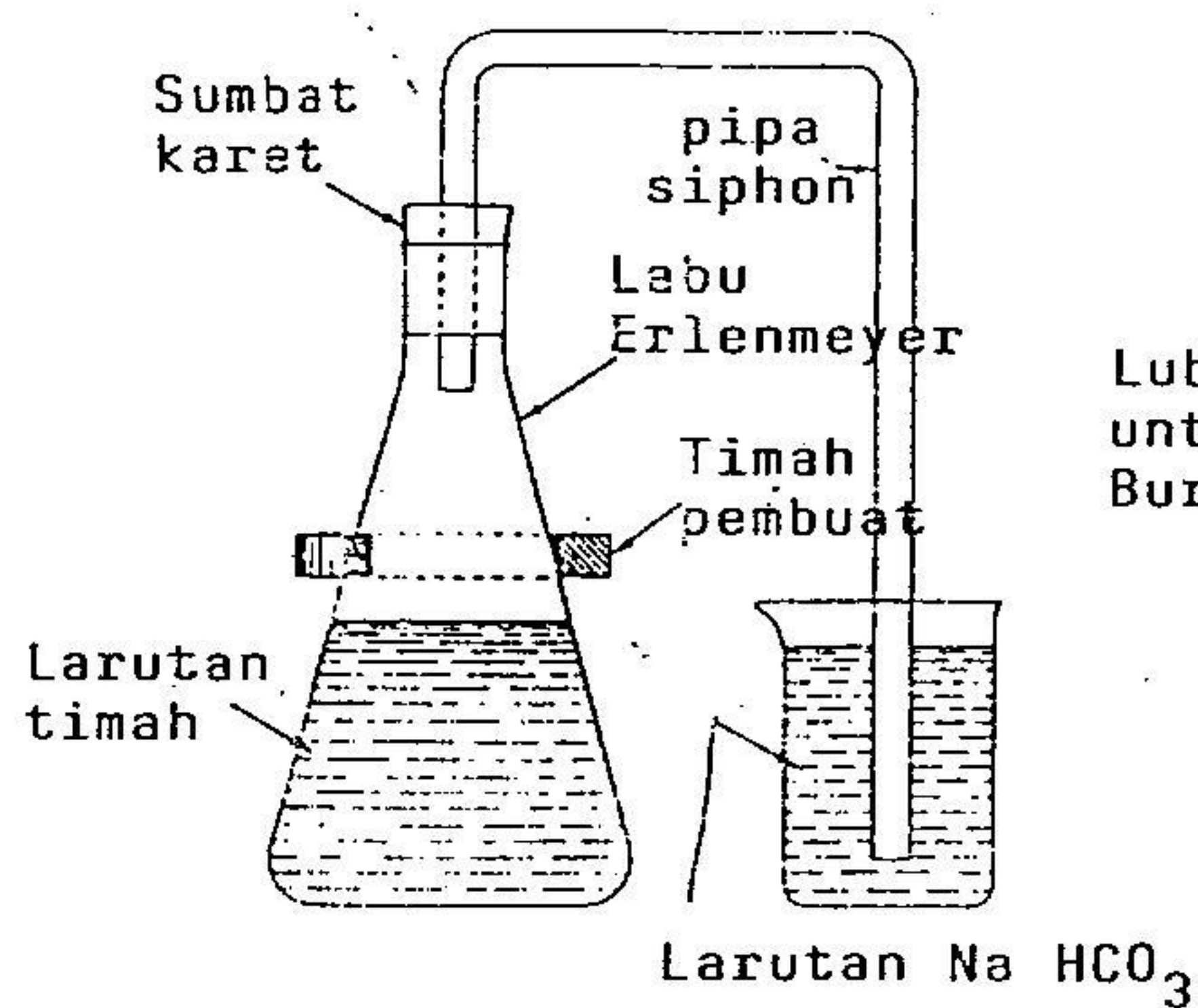
Tambahkan 5 mL air ke dalam 1 g tepung kanji dengan mengaduknya sampai terbentuk pasta, tambahkan 100 mL air mendidih. Dinginkan, tambahkan 5 g kalium iodida (KI) dan aduk sampai KI larut semua. Larutan ini dibuat sesaat sebelum digunakan.

4.1.2.9 Larutan natrium hidrokarbonat jenuh NaHCO_3 .

4.1.2.10 Kalium clorat (KClO_3)

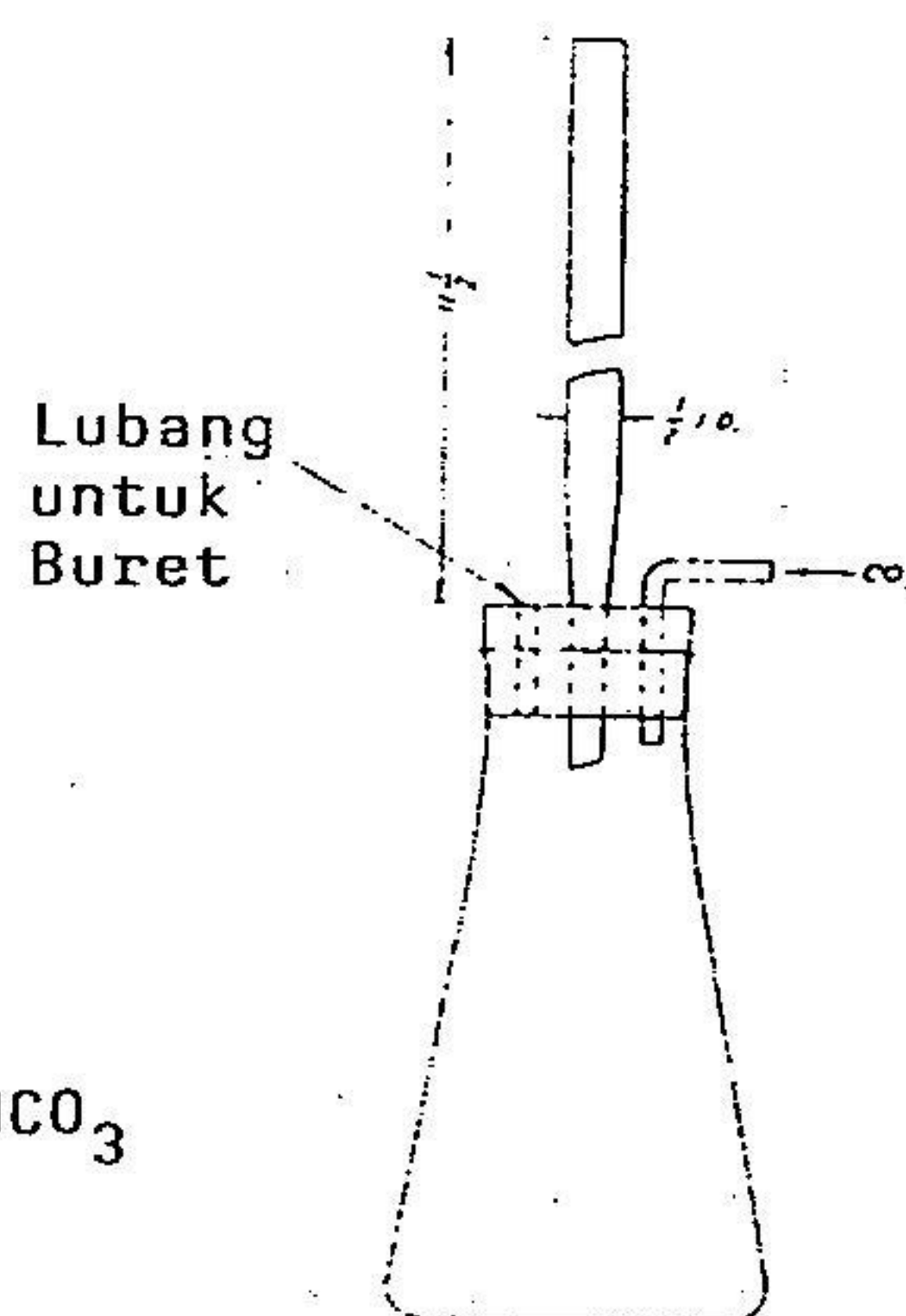
4.1.3 Peralatan

4.1.3.1 Peralatan untuk reduksi timah.



Gambar 1

Alat untuk mereduksi timu



Gambar 2

Alat untuk mereduksi timah

4.1.3.2 Neraca analitik

4.1.3.3 Peralatan gelas

4.1.3.4 Botol semprot

4.1.3.5 Pemanas

4.1.4 Prosedur

4.1.4.1 Prosedur A

4.1.4.1.1 Timbang contoh 0,3000 g sampai 2,000 g dari bagian yang halus dan homogen (lebih baik yang mengandung 0,70 g sampai 0,30 g timah) masukkan ke dalam labu 500 ml. Tambahkan 20 ml H_2SO_4 dan 5 g $KHSO_4$ dan panaskan sampai contoh terurai. Hindari suhu yang terlalu tinggi pada awal pemanasan karena contoh akan meleleh. Bila penguraian telah sempurna panaskan dengan suhu tinggi sampai keluar asap belerang, sehingga belerang yang menempel pada dinding labu turun, kemudian dinginkan dan tambahkan 180 ml air. Bila contoh mengandung lebih dari 0,1 g antimon atau mengandung lebih dari 0,01 g tembaga proses selanjutnya seperti pada 4.1.4.1.2 dan 4.1.4.1.3 atau 4.1.4.1.2 dan 4.1.4.1.4. Cara yang lain untuk prosedur 4.1.4.1.2 dan reduksi timah dengan besi atau nikel, ditunjukkan pada 4.1.4.1.3 atau 4.1.4.1.4.

4.1.4.1.2 Tambahkan 50 ml HCl ke dalam larutan yang mengandung tidak kurang dari 5 g besi (Catatan 1) tutup dengan kaca arloji, didihkan selama 30 menit. Saring endapan besi, tembaga dan antimon menggunakan kertas saring kasar atau glass wool. Filtrat tampung dalam labu 500 ml dan cuci endapan dengan air panas. Kembalikan endapan tembaga dan antimon ke dalam labu semula, tambahkan 10 ml HCl dan sedikit kristal $KClO_3$, panaskan hati-hati sampai larut sempurna. Encerkan sampai 50 ml dan didihkan sampai keluar asap dan bebas klor. Tambahkan kurang lebih 3 g besi, didihkan hati-hati selama 15 menit. Saring dengan menggunakan kertas saring kasar, atau glass wool ke dalam labu 500 ml yang berisi filtrat tadi.

Catatan 1 :

Jenis tertentu dari besi kemurnian tinggi menunjukkan kecenderungan pasif pada kondisi yang ada pada metode ini, jika ada kesulitan dalam pengendapan antimon, lebih baik menggunakan contoh besi yang relatif tidak murni seperti NBS standar No. 55 b dari ingot besi atau yang setara.

4.1.4.1.3 Reduksi dengan besi : Ke dalam larutan yang didapat menurut 4.1.4.1.1 tambahkan 60 ml HCl, bila larutan didapat menurut 4.1.4.1.2 tidak perlu dilakukan penambahan asam. Tambahkan sedikitnya 5 g besi dan tutup labu seperti alat pada gambar 1 atau 2. Panaskan sampai mendidih dan teruskan mendidih selama 30 menit sampai keluar asap. Sebagian besi yang tidak larut akan tersisa setelah reduksi.

4.1.4.1.4 Reduksi dengan Nikel : Ke dalam larutan, jika didapat menurut 4.1.4.1.1 tambahkan 75 ml HCl. Bila larutan didapat menurut 4.1.4.1.2 tambahkan hanya 20 ml HCl. Gunakan gulungan atau lembaran nikel dan labu ditutup seperti alat pada gambar 1 atau 2. Panaskan sampai mendidih dan teruskan selama 45 menit sampai keluar asap. Jika gulungan nikel telah terlapisi endapan hitam, masukkan gulungan kedua setelah 30 menit mendidih dan terus dididihkan selama tidak kurang dari 15 menit.

4.1.4.1.5 Setelah reduksi sempurna, dinginkan isi dari labu pada suhu kurang lebih 10°C . Hubungkan dengan tabung gas CO_2 dan alirkan gas CO_2 ke dalam labu (gambar 2) atau rendam ujung saluran pipa ke dalam larutan NaHCO_3 jenuh (gambar 1). Tambahkan 5 ml larutan kanji dan titrasi larutan yang ada nikel atau besi dengan larutan KI_2 (1 ml = 0,006 g Sn).

4.1.4.2 Prosedur B

4.1.4.2.1 Timbang 2,0000 g sampai 5,0000 g contoh yang kandungan timahnya sudah dapat diperkirakan, masukkan ke dalam labu 750 ml.

4.1.4.2.2 Untuk larutan pembanding, timbang dengan teliti sejumlah timah yang merupakan campuran timah, timbal, antimon, dan tembaga yang kira-kira komposisinya mirip dengan contoh, atau logam paduan yang kandungan timahnya mirip dengan contoh. Gunakan kira-kira sama dengan contoh yang dianalisis. Lakukan semua tahap sesuai prosedur ini.

4.1.4.2.3 Ke dalam masing-masing labu, tambahkan 5 g KHSO_4 dan 25 ml H_2SO_4 . Panaskan hati-hati sampai terjadi penguraian, amati sesuai petunjuk pada 4.1.4.1.1. Bila penguraian telah sempurna panaskan dengan suhu tinggi sampai keluar asap belerang pada dinding labu. Dinginkan dan tambahkan dengan 180 ml air. Bila contoh mengandung lebih kecil dari 0,01 g tembaga dan lebih kecil dari 0,1 g antimon, proses selanjutnya menurut 4.1.4.2.4.

Cara lainnya menurut prosedur 4.1.4.1.2 dan lanjutkan sesuai dengan 4.1.4.2.4.

4.1.4.2.4 Dinginkan dan atur isi larutan kurang lebih 250 ml air dan 75 ml HCl. Masukkan gulungan atau lembaran nikel dan labu ditutup seperti pada gambar 1 dan 2. Panaskan sampai mendidih dan didihkan sampai keluar asap selama tidak kurang dari 45 menit. Bila gulungan nikel telah dilapisi endapan hitam, masukkan gulungan kedua setelah 30 menit mendidih dan terus didihkan selama tidak kurang dari 15 menit.

4.1.4.2.5 Setelah reduksi sempurna, dinginkan isi dari labu sampai kurang lebih suhu 10°C. Hubungkan dengan tabung CO₂ dan alirkan gas CO₂ ke dalam labu (gambar 2) atau rendam ujung pipa ke dalam larutan NaHCO₃ jenuh (gambar 1). Timbang KIO₃ secukupnya dengan ketelitian 0,001 g (1 g KIO₃ akan mengoksidasi 1,7 g timah) untuk oksidasi seluruhnya kecuali 0,02 g sampai 0,04 g timah, dan pindahkan ke dalam gelas piala 250 ml. Tambahkan KI yang beratnya 20 persen lebih besar dari pada KIO₃ dan kurang lebih 0,5 g NaHCO₃, kemudian larutkan dengan 75 ml air dingin. Pada saat berlangsung pengaliran CO₂ ke dalam labu, pindahkan secara kuantitatif larutan KIO₃ ke dalam larutan yang didinginkan di atas, tambahkan 5 ml larutan kanji dan titrasi dengan larutan KIO₃ (1 ml = 0,0030 g KIO₃) tanpa membuang lembaran nikel.

4.1.5 Perhitungan

4.1.5.1 Hitung % kadar timah menurut prosedur A sebagai berikut :

$$\text{Sn, \%} = \frac{A \times B}{C} \times 100$$

Keterangan :

A = larutan KIO₃ yang digunakan untuk titrasi contoh (ml)

B = timah setara dengan larutan KIO₃ (g/ml)

C = berat contoh yang digunakan (gram)

4.1.5.2 Hitung % kadar timah menurut prosedur B sebagai berikut :

$$A = \frac{B}{(C + D)}$$

$$\text{Sn, \%} = \frac{(E + F) A}{G} \times 100$$

Keterangan :

A = berat timah setara dengan 1 g KIO_3 , (gram)

B = berat timah dalam standar yang digunakan, (gram)

C = berat KIO_3 yang ditimbang dan ditambahkan ke dalam standar timah, (gram)

D = berat KIO_3 yang ditambahkan untuk menyempurnakan titrasi standar timah (ml KIO_3 yang digunakan dikalikan dengan gram KIO_3 per 1 ml larutan)

E = berat KIO_3 yang ditimbang dan ditambahkan ke dalam contoh, (gram)

F = berat KIO_3 yang ditambahkan untuk menyempurnakan titrasi contoh, (gram)

G = berat contoh yang digunakan, (gram)

4.2 Cara uji kadar antimon dengan metode titrasi dengan bromat dengan batas konsentrasi dari 1,0 - 20%.

4.2.1 Prinsip

Contoh dilarutkan dengan H_2SO_4 dan KHSO_4 atau H_2SO_4 dan $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$. Kemudian diasamkan dengan HCl . Setelah ditiupkan udara, kemudian dititrasi dengan larutan KBrO_3 dan indikator metil jingga.

4.2.2 Pereaksi

4.2.2.1 Larutan standar kalium bromat, KBrO_3 (0,01 N atau 0,05 N) larutan standar kalium bromat, KBrO_3 (0,01 N). Keringkan kristal KBrO_3 pada suhu 180°C sampai berat konstan. Timbang 2,7834 g, larutkan dalam air, masukkan ke dalam labu ukur 1 liter, encerkan sampai tanda batas dan kocok.

4.2.2.2 Asam sulfat, H_2SO_4 , berat jenis 1,84.

4.2.2.3 Silikon karbida, SiC

4.2.2.4 Asam klorida, HCl berat jenis 1,19

4.2.2.5 Kalium hidrosulfat, KHSO_4
Kalium piro-sulfat, $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$

4.2.2.6 Natrium sulfit, Na_2SO_3

4.2.2.7 Larutan indikator metil jingga (1 g/l)

4.2.3 Peralatan

4.2.3.1 Peralatan gelas

4.2.3.2 Neraca analitik

4.2.3.3 Botol penyemprot

4.2.3.4 Kompresor udara

4.2.3.5 Pemanas

4.2.4 Prosedur

4.2.4.1 Timbang 0,500 g sampai 2,000 g contoh (banyaknya tergantung dari antimon yang terkandung). Dan masukkan ke dalam labu erlenmeyer 500 ml. Ke dalam labu yang berisi contoh dan ke dalam labu untuk blangko masing-masing, tambahkan 15 ml H_2SO_4 dan kira-kira 7 g KHSO_4 atau $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$. Panaskan contoh sampai terurai, hindari suhu tinggi selama awal pemanasan, karena contoh akan meleleh. Bila penguraian telah sempurna, masukkan suhu pemanasan sampai keluar asap dan belerang yang menempel pada dinding labu tercuci dan turun.

4.2.4.2 Dinginkan, tambahkan 10 ml air, kocok untuk menghindari H_2SO_4 dan dinginkan kembali. Tambahkan 3 atau 4 biji silikon karbida untuk mencegah loncatan-loncatan. Tambahkan 75 ml HCl dan 1 g Na_2SO_3 . Panaskan larutan sampai hampir mendidih tanpa penutup, sampai volume larutan menjadi 60 ± 5 ml. Encerkan sampai 300 ml dengan air mendidih, tiupkan udara dengan kuat ke dalam larutan selama 1 menit, titrasi larutan yang masih panas dengan larutan KBrO_3 menggunakan indikator metil jingga yang ditambahkan ketika titrasi mendekati titik akhir.

4.2.5 Perhitungan

Hitung kadar antimon sebagai berikut :

$$\text{Sb, \%} = \frac{(A - B) C \times 0,0609}{D} \times 100$$

Keterangan :

A = volume larutan KBrO_3 yang dipergunakan untuk titrasi contoh, (ml)

B = volume larutan KBrO_3 yang dipergunakan untuk titrasi blangko, (ml)

C = normalitas dari larutan KBrO_3

D = berat contoh yang digunakan, (gram)

4.3 Cara uji kadar timah dan tembaga dengan metoda pemisahan asam bromida, dengan batas konsentrasi untuk timbal 0,1 sampai 95 % untuk tembaga 0,12 % sampai 10%.

4.3.1 Prinsip

Contoh dilarutkan dengan campuran HBr-Br_2 , menjadi PbBr_2 dengan penambahan HClO_4 dan penguapan, HBr akan menguap dan PbBr_2 akan mengurai, penambahan H_2SO_4 , akan membentuk endapan PbSO_4 , endapan disaring. Filtrat digunakan untuk penetapan tembaga, dengan penambahan HNO_3 dan dielektrolisa.

4.3.2 Pereaksi

4.3.2.1 Campuran HBr-Br_2

Tuangkan 20 ml air brom ke dalam 180 ml HBr .

4.3.2.2 Larutan hidrogen peroksida, H_2O_2 3%

Campurkan 1 bagian H_2O_2 30% dengan 9 bagian air.

4.3.2.3 Larutan asam timbal

Encerkan 50 ml H_2SO_4 ke dalam 800 ml air. Larutkan 0,5 g $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ dalam 200 ml air dan campurkan dengan larutan H_2SO_4 . Biarkan selama 24 jam, pindahkan dengan menuangkan langsung melalui kertas saring halus, buang endapannya.

4.3.2.4 Asam sulfat, H_2SO_4 dengan perbandingan 1 : 1

4.3.2.5 Asam perklorat, HClO_4 berat jenis 1,67

4.3.2.6 Asam nitrat, HNO_3 berat jenis 1,42

4.3.3 Peralatan

4.3.3.1 Alat-alat gelas

4.3.3.2 Pemanas

4.3.3.3 Cawan gooch

4.3.3.4 Neraca analitik

4.3.3.5 Alat elektrolisa

4.3.3.6 Tangki

4.3.3.7 Oven

4.3.4 Prosedur

4.3.4.1 Timbang 2,00 g contoh, masukkan ke dalam labu mulut lebar 250 ml, tambah 20 ml campuran $\text{HBr}-\text{Br}_2$, tutup dan panaskan hati-hati sampai contoh larut sempurna. Hindari terlalu banyak kehilangan brom, tambahkan 10 ml HClO_4 dan panaskan secukupnya dan berulang-ulang sampai terlihat uap putih keluar, kemudian panaskan lagi untuk menguraikan PbBr_2 dan mengeluarkan semua HBr dengan menghindari penguapan HClO_4 yang berlebihan.

4.3.4.2 Bila larutan keruh menunjukkan bahwa semua antimon belum menguap, tambahkan 5 ml HBr dan panaskan lagi sampai HBr keluar dan PbBr_2 mengurai. Ulangi beberapa kali sampai larutan menjadi jernih. Terakhir tambahkan 15 ml H_2SO_4 (1 : 1) dan uapkan sampai keluar uap putih HClO_4 . Teruskan pemanasan sampai larutan menjadi ± 2 ml.

4.3.4.2.1 Penetapan timbal

Dinginkan larutan pada 4.3.4.2 tambahkan 100 ml larutan asam timbal (Catatan 4) dan didihkan dengan hati-hati sampai garam-garamnya larut. Dinginkan dan biarkan pada suhu 50°C selama 1-2 jam. Dinginkan pada suhu ruang. Saring melalui cawan Gooch yang telah dilapisi asbes, dan cuci endapan dengan larutan asam timbal dingin (Catatan 4) simpan filtrat untuk

penetapan tembaga. Panaskan endapan dengan hati-hati pada awal dan kemudian untuk mencapai berat konstan panaskan dengan api kecil (500 - 600°C).

Catatan 4 :

Bila timbal yang terkandung dalam contoh tinggi atau bila ketelitian tinggi tidak diperlukan, kurangi volume H_2SO_4 5 ml dan encerkan dengan 100 ml air sebagai pengganti larutan asam timbal.

4.3.4.2.2 Penetapan tembaga

Encerkan filtrat yang dipisahkan pada 4.3.4.2.1 dengan 250 ml air dalam gelas piala tinggi 300 ml, tambahkan 4 ml HNO_3 . Tambahkan 5 ml H_2O_2 (3 %) sebelum elektrolisa dan tambahkan lagi 5 ml H_2O_2 (3 %) menjelang akhir elektrolisa. Celupkan elektroda, tutup dengan kaca arloji yang dibelah 2 dan elektrolisa dengan rapat arus 1-1,5 A/dm².

Bila warna larutan sudah hilang, bilas tutup gelas bagian bawah, elektroda dan pinggir gelas piala dan lanjutkan elektrolisa sampai endapan tembaga menempel semua, ini ditunjukkan oleh tidak adanya endapan yang menempel pada elektroda bila permukaan tadi dinaikkan atau ditambahkan air.

4.3.4.2.3 Bila endapan tembaga sudah menempel semua, dengan tidak memutus arus turunkan gelas piala perlahan-lahan, sambil mencuci katoda dengan air, angkat katoda cuci dengan air dan celupkan dalam 2 tempat berisi etanol dan metanol. Keringkan di dalam oven pada suhu 110°C selama 3-5 menit, dinginkan dan timbang endapan tembaga sebagai logam tembaga (Catatan 5). Bila endapan berwarna gelap, larutkan lapisan yang menempel di elektroda dalam 15 ml HNO_3 (1 : 3). Cuci dan angkat elektroda. Panaskan sampai mendidih dan keluar asap coklat, dinginkan dan saring bila perlu, encerkan menjadi 250 ml dalam gelas piala tinggi 300 ml, tambahkan 5 ml H_2SO_4 dan ulangi elektrolisa.

Catatan 5 :

Perak dan sebagian bismut, bila ada, akan menempel bersama tembaga, perak bila ada sebagai pengotor biasanya dilaporkan bersama tembaga. Bila contoh mengandung bismut lebih besar dari runtu (Trace), tembaga yang menempel dapat dilarutkan, dan bismut ditetapkan dengan potometri untuk koreksi.

4.3.5 Perhitungan

4.3.5.1 Hitung kadar timbal sebagai berikut :

$$\text{Pb, \%} = \frac{A \times 0,6833}{B} \times 100$$

Keterangan :

A = berat endapan PbSO_4 , (gram)

B = berat contoh yang digunakan, (gram)

4.3.5.2 Hitung kadar tembaga sebagai berikut :

$$\text{Cu, \%} = \frac{A}{B} \times 100$$

Keterangan :

A = berat endapan tembaga, (gram)

B = berat contoh yang digunakan, (gram)

4.4 Cara uji kadar arsen dengan metode destilasi bromat, dengan batas konsentrasi dari 0,01 sampai 2,0 %

4.4.1 Prinsip

Contoh diuraikan dengan KHSO_4 dan H_2SO_4 kemudian dipanaskan sampai keluar asap putih. Tambahkan HCl , fesoy dan NaCl kemudian didestilasi. Setelah didestilasi asamkan dengan HNO_3 dan H_2SO_4 dipanaskan sampai SO_2 keluar. Lalu dititrasi dengan larutan KBrO_3 menggunakan indikator metil jingga.

4.4.2 Pereaksi

4.4.2.1 Asam nitrat, HNO_3 berat jenis 1,42

4.4.2.2 Asam klorida, HCl berat jenis 1,19

4.4.2.3 Asam sulfat, H_2SO_4 berat jenis 1,84

4.4.2.4 Fero sulfat, $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

4.4.2.5 Natrium klorida, NaCl

4.4.2.6 Kalium hidro sulfat, KHSO_4

4.4.2.7 Larutan standar kalium bromat, KBrO_3 (0,01 atau 0,05 N).

Pembuatan larutan standar kalium bromat, KBrO_3 0,1 N keringkan kristal kalium bromat pada suhu 130°C sampai berat konstan. Timbang 2,7834 g KBrO_3 kering larutkan dalam air, masukkan ke dalam labu ukur 1 liter, encerkan sampai tanda batas dan kocok.

4.4.3 Peralatan

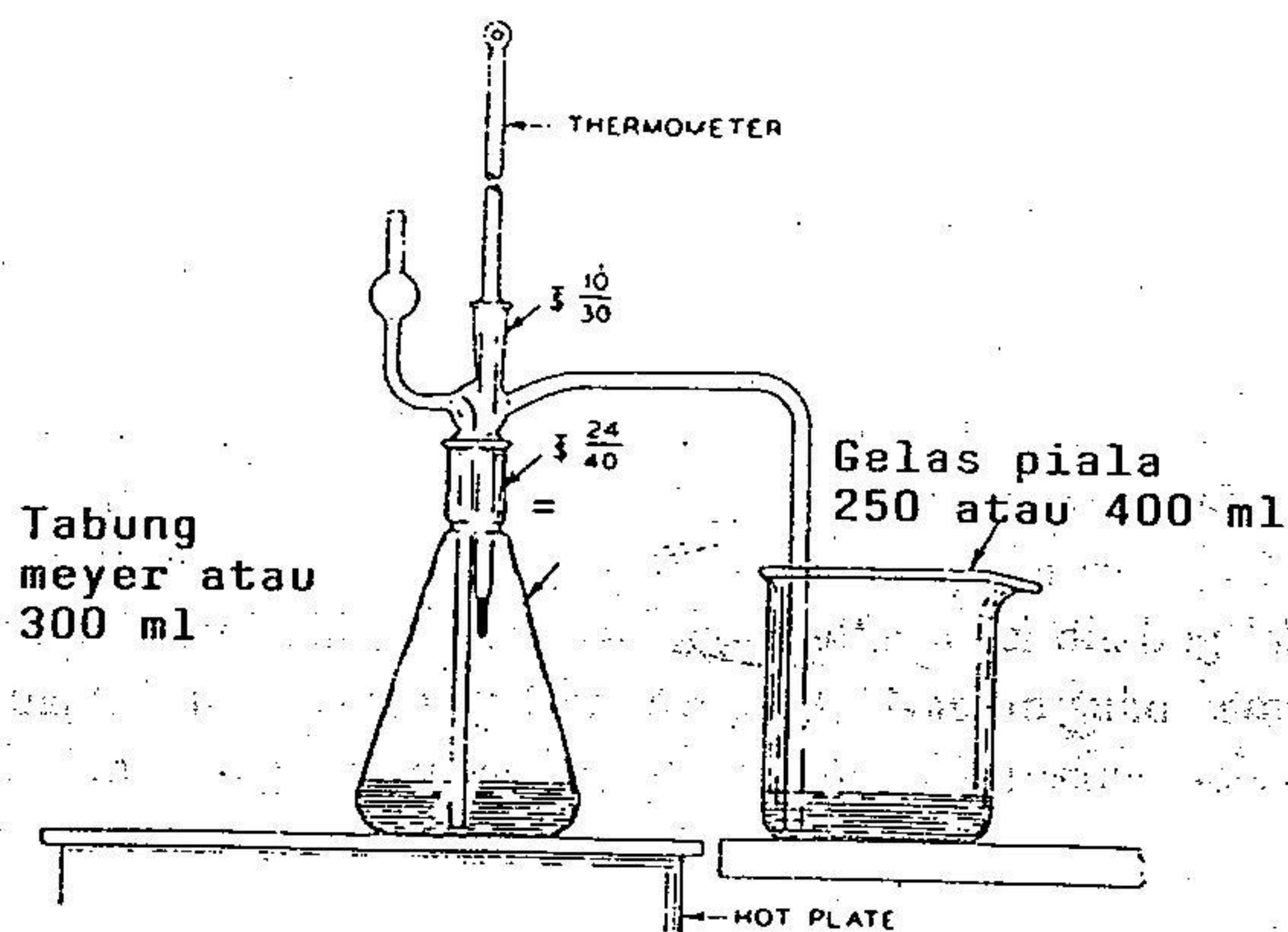
4.4.3.1 Peralatan gelas

4.4.3.2 Neraca analitik

4.4.3.3 Botol semprot

4.4.3.4 Pemanas

4.4.3.5 Alat destilasi



Gambar 3
Alat destilasi penetapan arsen

4.4.4 Prosedur

4.4.4.1 Timbang 1,00 - 5,00 g contoh (jumlahnya tergantung dari kadar arsen yang terkandung), masukkan ke dalam labu erlenmeyer 500 ml. Pada labu contoh dan labu untuk blangko tambahkan 15 g KHSO_4 dan 20 ml H_2SO_4 . Panaskan sampai contoh mengurai, hindari pemanasan terlalu tinggi, selama pemanasan awal. Bila penguraian telah sempurna natrium suhu pemanasan sampai keluar arsen dan belerang yang menempel pada dinding labu tercucu dan turun.

Catatan 2 :

Tidak sempurnanya penguapan senyawa belerang akan menyebabkan hasil yang tinggi dalam titrasi bromat.

4.4.4.2 Dinginkan, tambah 15 ml air, kocok atau aduk untuk menghindrasi H_2SO_4 dan dinginkan kembali pada suhu ruang. Tambahkan 50 ml HCl , 1 g $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dan 10 g NaCl . Sambungkan labu dengan alat destilasi dan celupkan ke dalam 200 ml air (Catatan 3) dalam gelas piala penampung. Panaskan isi labu destilasi, didihkan perlahan-lahan dan teruskan pemanasan sampai suhu 105°C tercapai (Destilasi tidak perlu dingin).

Lepas labu destilasi, angkat dari pemanas dan cuci pipa kaca yang masuk ke dalam labu destilasi.

Catatan 3 :

Bila kadar antimon di atas 5%, destilasi ditampung dalam gelas piala 150 ml yang berat 50 ml HNO_3 (1 : 99).

4.4.4.3 Bila kadar antimon dibawah 5% teruskan prosedur menurut 4.4.4.4, bila diatas 5% pindahkan destilasi ke dalam labu erlenmeyer 500 ml (gambar 3) tambahkan 10 ml HNO_3 dan 10 ml H_2SO_4 dan uapkan sampai keluar asap putih. Dinginkan, tambahkan 0,1 h Hidragin sulfat, cuci dinding labu dengan 10 ml air, uapkan lagi sampai keluar uap putih. Naskan suhu sampai semua SO_2 keluar, dan ulangi destilasi seperti 4.4.4.2. Teruskan sesuai dengan 4.4.4.4.

4.4.4.4 Panaskan destilasi sampai mendidih dan biarkan mendidih selama 10 menit untuk menghilangkan senyawa belerang. Titrasi pada suhu $80 - 90^\circ\text{C}$

dengan larutan KBrO_3 0,01 N atau 0,05 N menggunakan indikator metil jingga yang ditambahkan mendekati akhir titrasi.

4.4.5 Perhitungan

Hitung kadar arsen sebagai berikut :

$$\text{As, \%} = \frac{(A - B) C \times 0,0375}{D} \times 100$$

Keterangan :

A = volume larutan KBrO_3 yang digunakan untuk titrasi contoh, ml

B = volume larutan KBrO_3 yang digunakan untuk titrasi blangko, ml

C = normalitas larutan KBrO_3

D = berat contoh yang digunakan, g



BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id